

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 04-114966

(43)Date of publication of application : 15.04.1992

(51)Int.Cl. C04B 35/52

(21)Application number : 02-230189

(71)Applicant : NATL INST FOR RES IN INORG
MATER
MITSUBISHI MATERIALS CORP

(22)Date of filing : 31.08.1990

(72)Inventor : AKAISHI MINORU
KANDA HISAO
YAMAOKA NOBUO
UEDA FUMIHIRO
SASANO MASUO

(54) PRODUCTION OF DIAMOND-BASED SINTERED MATERIAL HAVING EXCELLENT WEAR RESISTANCE

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a diamond-based sintered material having excellent wear resistance, stability at high temperature and high hardness by subjecting mixed powder containing a fixed ratio of alkaline earth carbonate, carbon convertible to diamond and diamond to ultra-high pressure sintering.

CONSTITUTION: 1-25vol.% alkaline earth carbonate is mixed with 1-10vol.% carbon powder convertible to diamond and residual percentage of diamond powder. Carbonate of Mg, Ca, Sr or Ba and complex carbonate of said carbonates are generally termed as said alkaline earth carbonate. Said mixture is subjected to ultra-high pressure sintering to afford the aimed diamond-based sintered material.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A) 平4-114966

⑬ Int.Cl.⁵
C 04 B 35/52

識別記号 庁内整理番号
B 8821-4G

⑭ 公開 平成4年(1992)4月15日

審査請求 未請求 請求項の数 2 (全8頁)

⑮ 発明の名称 耐摩耗性にすぐれたダイヤモンド基焼結材料の製造方法

⑯ 特 願 平2-230189

⑰ 出 願 平2(1990)8月31日

⑱ 発 明 者	赤 石 實	茨城県つくば市並木2-209-101
⑱ 発 明 者	神 田 久 生	茨城県つくば市並木4-904-206
⑱ 発 明 者	山 岡 信 夫	茨城県つくば市二の宮3-14-10
⑱ 発 明 者	植 田 文 洋	埼玉県大宮市北袋町1-297 三菱金属株式会社中央研究所内
⑲ 出 願 人	科学技術庁無機材質研究所長	茨城県つくば市並木1丁目1番地
⑲ 出 願 人	三菱マテリアル株式会社	東京都千代田区大手町1丁目6番1号
⑳ 代 理 人	弁理士 富田 和夫	外1名

最終頁に続く

明 細 書

1. 発明の名称

耐摩耗性にすぐれたダイヤモンド基焼結材料の製造方法

2. 特許請求の範囲

(1) Mg, Ca, Sr, およびBaの炭酸塩粉末、並びにこれらの2種以上の複合炭酸塩粉末のうちの1種または2種以上: 1~25%、

ダイヤモンド化する炭素粉末: 1~10%、

ダイヤモンド粉末: 残り、

からなる組成(以上容量%)に配合し、通常の条件で混合した後、この混合粉末に、同じく通常の条件で超高压焼結を施すことを特徴とする耐摩耗性にすぐれたダイヤモンド基焼結材料の製造方法。

(2) Mg, Ca, Sr, およびBaの炭酸塩粉末、並びにこれらの2種以上の複合炭酸塩粉末のうちの1種または2種以上で構成されたアルカリ土類

炭酸塩粉末層と、

ダイヤモンド化する炭素粉末とダイヤモンド粉末の混合粉末層、

との交互2層以上の積層体とし、かつこれらの全体に占める割合を、容量%で、

アルカリ土類炭酸塩粉末: 1~25%、

ダイヤモンド化する炭素粉末: 1~10%、

ダイヤモンド粉末: 残り、

とした状態で、これに通常の条件で超高压焼結を施すことを特徴とする耐摩耗性にすぐれたダイヤモンド基焼結材料の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

この発明は、高硬度を有し、かつ高温安定性にすぐれ、特にAl-Si系合金やCu合金は勿論のこと、大きな発熱を伴うSi₃N₄基セラミックスやサイアロン系セラミックスなどの各種セラミックス、さらにWC基超硬合金などの切削に、切削工具として用いた場合に、すぐれた耐摩

耗性を示し、使用寿命の延命化を可能とするダイヤモンド基焼結材料の製造方法に関するものである。

〔従来技術〕

従来、ダイヤモンド基焼結材料の製造方法としては、例えば特公昭39-20483号公報や特開昭53-139607号公報などに記載される方法が知られている。

これらの従来方法は、原料粉末として、ダイヤモンド粉末と、結合相形成成分としてのTiCやTiNなどのセラミックス粉末および/または鉄族金属粉末を用い、これら原料粉末を所定の割合に配合し、通常の条件で混合した後、この混合粉末に、同じく通常の条件、すなわち圧力：6～12 GPa、温度：1700～2500℃の条件で超高压焼結を施すことによりダイヤモンド基焼結材料を製造するものである。

また、これらの従来方法によって製造されたダイヤモンド基焼結材料が、例えばWC基超硬合金などの仕上げ切削に切削工具として用いられてい

ることも知られている。

〔発明が解決しようとする課題〕

一方、近年、切削装置のFA化およびCIM化はめざましく、これに伴ない、切削工具にもより一層の使用寿命の延命化が要求される傾向にあるが、上記の従来方法で製造されたダイヤモンド基焼結材料においては、ダイヤモンド粒の結合相に対する密着性、特に高温密着性が十分でないために、切削中にダイヤモンド粒が分離し易く、この結果摩耗の進行が速くなり、比較的短時間で使用寿命に至るのが現状である。

〔課題を解決するための手段〕

そこで、本発明者等は、上述のような観点から、切削工具として用いた場合に、上記の従来方法で製造されたダイヤモンド基焼結材料に比して、一段とすぐれた耐摩耗性を示すダイヤモンド基焼結材料を製造すべく研究を行なった結果、

原料粉末として、ダイヤモンド粉末および炭素粉末、さらにMg、Ca、Sr、およびBaの炭酸塩、並びにこれらの2種以上の複合炭酸塩（以

— 3 —

下、これらを総称してアルカリ土類炭酸塩という）の粉末を用い、これら原料粉末を、容量%で（以下%は容量%を示す）、

アルカリ土類炭酸塩のうちの1種または2種以上の粉末：1～25%、

炭素粉末：1～10%、

ダイヤモンド粉末：残り、

からなる配合組成に配合し、通常の条件で混合して混合状態とするか、あるいは、

アルカリ土類炭酸塩のうちの1種または2種以上で構成された少なくとも1層のアルカリ土類炭酸塩粉末層と、

ダイヤモンド粉末と炭素粉末の混合粉末で構成された少なくとも1層の混合粉末層、

との交互積層体とし、かつ、これらの全体に占める割合を、それぞれ、

アルカリ土類炭酸塩のうちの1種または2種以上の粉末：1～25%、

炭素粉末：1～10%、

ダイヤモンド粉末：残り、

— 5 —

— 4 —

とした状態で、通常の超高压焼結装置に装入し、通常の条件、すなわち、

圧力：6～12 GPa、温度：1700～2500℃、の条件で超高压焼結を施すと、

原料粉末を交互積層配置とした場合には、高压付加により潤密化したダイヤモンド粉末と炭素粉末の混合粉末層の微少な粉末間隙にアルカリ土類炭酸塩粉末が進入し、また混合状態の場合はそのままの状態、アルカリ土類炭酸塩粉末が隣接するダイヤモンド粉末の接合を著しく促進すると共に、炭素粉末の前記アルカリ土類炭酸塩中への固溶、並びにこれよりの析出に伴なうダイヤモンド化と相まって、ダイヤモンド粒によるブリッジ構造の形成を促進するように作用するので、ダイヤモンドからなる素地に、アルカリ土類炭酸塩のうちの1種または2種以上を主体とした分散相（この場合、Mg、Ca、Sr、およびBaの酸化物および炭化物のうちの1種または2種以上が少量ではあるが分散相として存在する場合がある）が微細均一に分布した組織を有するダイヤモンド基

— 6 —

焼結材料が得られるようになり、この結果のダイヤモンド基焼結材料は高硬度を有し、高温安定性にすぐれ、かつダイヤモンド素地に対するアルカリ土類炭酸塩分散相の密着性にすぐれているので、これを例えば大きな発熱を伴う切削の切削工具として用いた場合にも一段とすぐれた耐摩耗性を示すという研究結果を得たのである。

この発明は、上記研究結果にもとづいてなされたものであって、以下に配合組成を上記の通りに限定した理由を説明する。

(a) アルカリ土類炭酸塩粉末

アルカリ土類炭酸塩粉末には、ダイヤモンド粉末相互の接合を促進すると共に、炭素粉末を固溶し、これをダイヤモンドとして析出して、ダイヤモンド粒による強固なブリッジ構造を形成して、高硬度とすぐれた高温安定性を確保し、かつ自身もダイヤモンド素地に強固に密着した分散相として存在し、もってダイヤモンド基焼結材料が、苛酷な条件下での切削においてもすぐれた耐摩耗性を発揮せしめる作用があるが、その割合が1%未満で

は前記作用に所望の効果が得られず、一方その割合が25%を越えると、相対的にダイヤモンド粉末の割合が少なくなりすぎて、所望の高硬度を確保することができなくなることから、その割合を1~25%と定めた。

(b) 炭素粉末

炭素粉末には、上記の通りアルカリ土類炭酸塩に固溶し、これよりダイヤモンドとして析出して、ダイヤモンド粒によるブリッジ構造の形成に寄与し、もって硬さと高温安定性の向上に寄与する作用があるが、その割合が1%未満では前記作用に所望の向上効果が得られず、一方その割合が10%を越えると、ダイヤモンド粒の粒成長が著しくなって、靱性が低下するようになることから、その割合を1~10%と定めた。

(実施例)

つぎに、この発明のダイヤモンド基焼結材料の製造方法を実施例により具体的に説明する。

実施例 1

原料粉末として、いずれも1~30 μ mの範囲内の

種 別	配 合 組				成 (容量%)		超高压焼結条件		ダイヤモンド基焼結材料	
	アルカリ土類炭酸塩粉末 (容量比)	炭 素 粉 末	セラミックス粉末	鉄族金属 粉 末	ダイヤモンド 粉 末	圧 力 (GPa)	温 度 (℃)	硬 さ (Hv)	切 削 時 間 (分)	
本 発 明 法	1 MgCO ₃ : 1	5	-	-	残	8	2200	6000	10	
	2 CaCO ₃ : 5	5	-	-	残	8	2200	6300	14	
	3 MgCO ₃ : 10	5	-	-	残	8	2400	6900	15	
	4 MgCO ₃ : 15	5	-	-	残	8	2500	6700	13	
	5 MgCO ₃ : 20	5	-	-	残	8	2000	6600	11	
	6 MgCO ₃ : 25	5	-	-	残	7	2000	6000	9	
	7 MgCO ₃ : 10	1	-	-	残	8	2200	6600	10	
	8 MgCO ₃ : 10	10	-	-	残	8	2200	6900	11	
	9 SrCO ₃ : 10	6	-	-	残	8	2200	6600	13	
	10 BaCO ₃ : 10	6	-	-	残	8	2200	6600	12	
比 較 法	11 MgCO ₃ + SrCO ₃ (1:1) : 15	5	-	-	残	8	2200	6600	15	
	12 MgCO ₃ + CaCO ₃ (1:1) : 15	5	-	-	残	8	1800	6700	16	
	13 (Mg, Ca)CO ₃ : 15	5	-	-	残	8	2000	8800	15	
従 来 法	1 CaCO ₃ : 0.5%※	5	-	-	残	8	2200	5400	5	
	2 SrCO ₃ : 30%※	5	-	-	残	8	2200	5000	4	
	3 MgCO ₃ : 10	0.5%※	-	-	残	8	2200	6000	7	
	4 MgCO ₃ : 10	12%※	-	-	残	8	2200	8100	8 (欠損)	
従 来 法	1 -	-	TiC : 20, TiN : 20	-	残	8	2000	4500	2	
	2 -	-	-	Co:10	残	8	1500	5500	1	
	3 -	-	TiC : 20	Ni: 5	残	8	1600	4500	2	

（※印：本発明範囲外）

(兼印：本発明範囲外)

所定の平均粒径を有するダイヤモンド粉末、各種のアルカリ土類炭酸塩粉末、TiC粉末、TiN粉末、Co粉末、およびNi粉末、さらに同0.1μmのカーボンブラック粉末を用意し、これら原料粉末を第1表に示される配合組成に配合し、メノウ乳鉢にて、溶媒としてアセトンを用いて湿式混合し、乾燥した後、200MPaの圧力で圧粉体に成形し、この圧粉体を通常のベルト型超高压焼結装置に装入し、同じく第1表に示される条件で超高压焼結することにより本発明法1~13、比較法1~4、および従来法1~3をそれぞれ実施し、直径：7mmφ×厚さ：1mmの寸法をもったダイヤモンド基焼結材料を製造した。

実施例 2

実施例1で用いたと同じ原料粉末を用い、これら原料粉末をそれぞれ第2表に示される割合に秤量し、ダイヤモンド粉末とカーボンブラック粉末とを実施例1におけると同様に混合し、この混合粉末とアルカリ土類炭酸塩粉末とを、層状にして同じく第2表に示される層数にて交互に積層し、

種 別	原 料 粉 末 の 初 合 (容量%)			積 層 体		超高压焼結条件		ダイヤモンド焼結材料	
	アルカリ土類炭酸塩粉末 (容量比)	炭 素 粉 末	ダイヤモンド 粉 末	アルカリ土類炭酸 塩粉末層の層数	混合粉末 層の層数	圧 力 (GPa)	温 度 (℃)	硬 さ (HV)	切 削 時 間 (分)
本 発 明	14 MgCO ₃ : 5	5	残	1	1	8	2200	6800	15
	15 MgCO ₃ : 10	5	残	1	1	8	2200	7000	18
	16 MgCO ₃ : 15	5	残	1	2	8	2000	8800	15
	17 (Ca,Mg)CO ₃ : 10	5	残	1	2	8	2200	6800	17
	18 MgCO ₃ + CaCO ₃ (1:1) : 5	5	残	1	2	8	2200	6700	15
	19 MgCO ₃ + SrCO ₃ (1:1) : 20	5	残	1	1	7	1900	6400	15
	20 SrCO ₃ : 1	5	残	1	2	8	2200	6900	11
	21 BaCO ₃ : 10	1	残	1	1	8	2200	8700	12
比 較 法	22 SrCO ₃ : 10	10	残	1	2	8	2200	8900	12
	23 MgCO ₃ : 25	5	残	2	8	8	2000	6200	10
	24 CaCO ₃ : 10	5	残	1	1	8	2200	6900	18
	25 MgCO ₃ + CaCO ₃ (1:1) : 10	5	残	1	1	6	2200	6900	16
	5 MgCO ₃ : 0.5 炭	5	残	1	1	8	2200	5800	5
	6 CaCO ₃ : 28 炭	6	残	1	1	8	2200	5200	5
	7 MgCO ₃ : 10	0.5 炭	残	1	1	8	2200	6200	8
	8 CaCO ₃ : 10	18 炭	残	1	1	8	2200	6200	6 (欠損)

(※印：本発明範囲外)

第 2 表

この積層体を、同じく通常のベルト型超高压焼結装置において、第2表に示される条件で超高压焼結することにより本発明法14~25および比較法5~8をそれぞれ実施して、ダイヤモンド基焼結材料を製造した。

なお、比較法1~8は、いずれも原料粉末のうちのいずれかの割合(第1表および第2表に裏印を付す)がこの発明の範囲から外れた場合を示すものである。

ついで、この結果得られた各種のダイヤモンド基焼結材料について、ビッカース硬さを測定し、さらにこれよりTPGN322に則した形状の切削チップを切出し、

被 削 剤 : Si_3N_4 焼結体、

切削速度 : $20\text{m}/\text{min}$ 、

切 込 み : 0.1mm 、

送 り : $0.1\text{mm}/\text{rev.}$ 、

の条件(水溶性切削油使用)でセラミックスの湿式進給切削試験を行ない、切刃の逃げ面摩耗幅が 0.2mm に至るまでの切削時間を測定した。これら

の結果をそれぞれ第1表および第2表に示した。

〔発明の効果〕

第1表および第2表に示される結果から、本発明法1~25によれば、高硬度を有するダイヤモンド基焼結材料を製造することができ、しかもこの結果得られたダイヤモンド基焼結材料は高温安定性にすぐれ、かつ分散相を構成するアルカリ土類炭酸塩のダイヤモンド素地に対する密着性にもすぐれているので、これを大きな発熱を伴うセラミックスの切削に切削工具として用いた場合にもすぐれた耐摩耗性を示すのに対して、従来法1~3で製造されたダイヤモンド基焼結材料では、ダイヤモンド素地に対する結合相を構成するセラミックスの密着性が低く、また同じく結合相として鉄族金属を含有する場合に硬さが低く、したがってセラミックスの切削では切削性能の劣った結果しか示されないことが明らかである。

また、比較法1~8に見られるように、原料粉末のうちのいずれかの配合割合でもこの発明の範囲から外れると、製造されたダイヤモンド基焼結

— 12 —

材料においては、硬さが低くなったり、あるいはダイヤモンド素地に対するアルカリ土類炭酸塩の密着性低下を招いたりすることから、セラミックスの切削では、従来法1~3で得られたダイヤモンド基焼結材料と同様に比較的短時間で使用寿命に至るものである。

上述のように、この発明の方法によれば、高硬度を有し、かつ高温安定性にもすぐれたダイヤモンド基焼結材料を製造することができ、したがって、これを各種の非鉄合金は勿論のこと、セラミックスやWC基超硬合金などの切削に、切削工具として用いた場合に、すぐれた耐摩耗性を示し、使用寿命の著しい延長を可能とするなど工業上有効な効果がもたらされるのである。

出 願 人 : 科学技術庁無機材質研究所長
出 願 人 : 三 菱 金 属 株 式 会 社
代 理 人 : 富 田 和 夫 外 1 名

— 14 —

— 13 —

特開平 4-114966(8)

第1頁の続き

⑦発 明 者 笹 野 益 生 埼玉県大宮市北袋町1-297 三菱金属株式会社中央研究所内